

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

01 OCT 2004

(19) 世界知的所有權機關
國際事務局



(43) 國際公開日
2003 年 10 月 16 日 (16.10.2003)

PCT

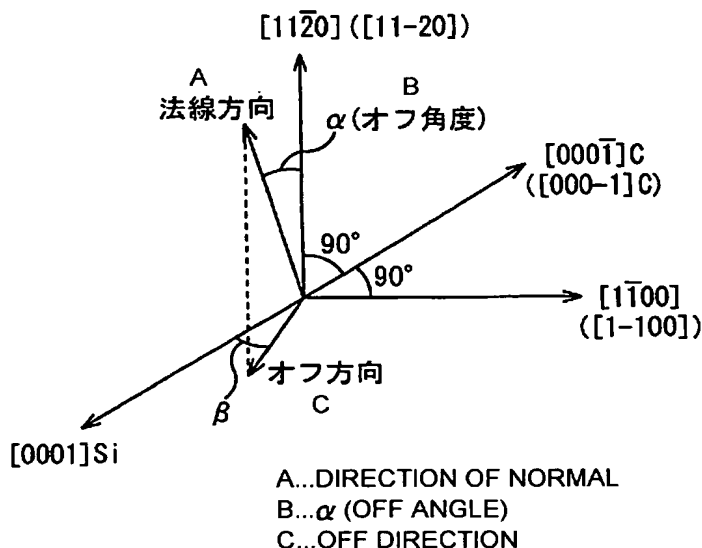
(10) 国際公開番号
WO 03/085175 A1

- | | | |
|--|----------------------------|---|
| (51) 国際特許分類 ⁷ : | C30B 29/36 | [JP/JP]; 〒100-8071 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo (JP). |
| (21) 国際出願番号: | PCT/JP03/04058 | |
| (22) 国際出願日: | 2003 年3 月31 日 (31.03.2003) | (72) 発明者; および |
| (25) 国際出願の言語: | 日本語 | (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大谷 昇 (OHTANI, Noboru) [JP/JP]; 〒293-0011 千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 勝野 正和 (KATSUNO, Masakazu) [JP/JP]; 〒293-0011 千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). 藤本 辰雄 (FUJIMOTO, Tatsuo) [JP/JP]; 〒293-0011 千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社 技術開発本部内 Chiba (JP). |
| (26) 国際公開の言語: | 日本語 | |
| (30) 優先権データ: | | (74) 代理人: 國分 孝悦 (KOKUBUN, Takayoshi); 〒170-0013 東京都豊島区東池袋1丁目17番8号 池袋T Gホームストビル5階 Tokyo (JP). |
| 特願2002-102682 | 2002 年4 月4 日 (04.04.2002) | JP |
| 特願2002-102683 | 2002 年4 月4 日 (04.04.2002) | JP |
| 特願2002-152966 | 2002 年5 月27 日 (27.05.2002) | JP |
| (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 新日本製鐵株式会社 (NIPPON STEEL CORPORATION) | | (81) 指定国 (国内): KR, US. |

〔続葉有〕

- (54) Title: SEED CRYSTAL OF SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL AND METHOD FOR PRODUCING INGOT USING SAME**

- (54) 発明の名称: 炭化珪素単結晶からなる種結晶及びそれを用いたインゴットの製造方法



- (57) Abstract:** A seed crystal of a silicon carbide single crystal preferably used to produce a substrate (wafer) for a power device or a high-frequency device, a method for producing an ingot using the same are disclosed. The single crystal growing face of a seed crystal of a silicon carbide single crystal is inclined at an angle of 3 to 60 degrees with respect to the (11-20) face toward the direction at an angle of -45 to 45 degrees inclined from the <0001> direction to the [1-100] direction. By growing a crystal using such a seed crystal, high-quality silicon carbide single ingot is produced. According to the invention, a material of a favorable-quality SiC single crystal having a diameter suitable to practical application and hardly including crystal defects such as micropipe defects and stacking faults can be produced with favorable reproducibility.

〔続葉有〕

WO 03/085175 A1



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(57) 要約:

本発明は、電力デバイスや高周波デバイス等の基板（ウェハ）の製造に好適な炭化珪素単結晶からなる種結晶及びそれを用いたインゴットの製造方法等に関する。

本発明の炭化珪素単結晶からなる種結晶の単結晶成長面は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45° 以上 45° 以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3° 以上 60° 以下傾斜した面である。このような種結晶を用いて結晶成長を行うことにより、高品質な炭化珪素単結晶インゴットを得ることができる。

本発明によれば、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥等の結晶欠陥が少なく、かつ口径が実用化に適した良質のSiC単結晶からなる材料を再現性良く得ることができる。

明 細 書

炭化珪素単結晶からなる種結晶及びそれを用いたインゴットの製造方法

技術分野

本発明は、電力デバイスや高周波デバイス等の基板（ウェハ）の製造に好適な炭化珪素単結晶からなる種結晶及びそれを用いたインゴットの製造方法等に関する。

背景技術

炭化珪素（S i C）は、耐熱性及び機械的強度に優れ、放射線に強い等の物理的、化学的性質から、耐環境性半導体材料として注目されている。また、近年、青色から紫外にかけての短波長光デバイス、高周波高耐圧電子デバイス等の基板ウェハとしてS i C単結晶ウェハの需要が高まっている。しかしながら、大面積を有する高品質のS i C単結晶を、工業的規模で安定に供給し得る結晶成長技術は、いまだ確立されていない。それゆえ、S i Cは、上述のような多くの利点及び可能性を有する半導体材料にもかかわらず、その実用化が阻まれている。

従来、研究室程度の規模では、例えば昇華再結晶法（レーリー法）でS i C単結晶を成長させ、半導体素子の作製が可能なサイズのS i C単結晶を得ている。しかしながら、この方法では、得られた単結晶の面積が小さく、その寸法及び形状を高精度に制御することは困難である。また、S i Cが有する結晶多形及び不純物キャリア濃度の制御も容易ではない。

また、化学気相成長法（CVD法）を用いて珪素（S i）等の異種基板上にヘテロエピタキシャル成長させることにより立方晶の炭化珪素単結晶を成長させることも行われている。この方法では、大面積の単結晶は得られるが、基板との格子不整合が約20%もあること等により多くの欠陥（ $\sim 10^7$ 個/cm²）を含むS i C単結晶しか成長させることができず、高品質のS i C単結晶を得ることは容易でない。これらの問題点を解決するために、S i C単結晶からなる{0001}ウェハを種結晶として用いて昇華再結晶を行う改良型のレーリー法が提案されている（Yu. M. Tairov and V. F. Tsvetkov, Journal of Crystal Growth, Vol. 52 (1981) pp.146-150）。

なお、本願においては、面指数はミラー指数表示法に基づいて記載する。図1は、六

方晶 SiC 単結晶の面指数を示す模式図である。

この方法では、種結晶を用いているため結晶の核形成過程が制御できる。また、不活性ガスを用いて雰囲気圧力を 100 Pa から 15 kPa 程度に制御することにより、結晶の成長速度等を再現性良くコントロールできる。

改良レーリー法の原理について、図 2 を用いて説明する。種結晶となる SiC 単結晶と原料となる SiC 結晶粉末 101 は、例えば黒鉛製の坩堝 102 の中に収納される。また、坩堝蓋 103 の内面に種結晶 (SiC ウェハ) 104 が取り付けられる。そして、アルゴン等の不活性ガス雰囲気中 (133 Pa ~ 13.3 kPa) で、坩堝 102 内が 2000 ~ 2400 °C に加熱される。この際、SiC 結晶粉末 101 に比べ種結晶 104 がやや低温になるように温度勾配が設定される。そして、SiC 結晶粉末 101 が昇華すると、温度勾配により坩堝 102 中に原料ガスの濃度勾配が存在するようになり、その濃度勾配によって原料ガスが種結晶 104 側へ拡散する。

単結晶成長は、種結晶 104 に到着した原料ガスが種結晶 104 上で再結晶化することにより実現され、成長結晶 105 が形成される。この際、成長結晶 105 の抵抗率は、不活性ガス雰囲気中に不純物ガスを添加するか、又は SiC 結晶粉末 101 中に不純物元素又はその化合物を混合することにより、制御することが可能である。

SiC 単結晶中の置換型不純物として代表的なものに、窒素 (n 型)、ホウ素、アルミニウム (p 型) がある。改良レーリー法を用いれば、SiC 単結晶の結晶多形 (6H 型、4H 型、15R 型等)、形状、キャリア型及び濃度を制御しながら、SiC 単結晶を成長させることができる。

改良レーリー法で製造される SiC 単結晶の結晶多形 (ポリタイプ) は、通常 6H 型と 4H 型であり、現在この二つのポリタイプの SiC 単結晶ウェハが市販されている。特に、4H 型の SiC 単結晶ウェハは、高い電子移動度を有し、パワーデバイス用途に適していると言われている。なお、現状では、不安定ポリタイプである 15R 型の大型 SiC 単結晶は得られていない。

SiC 単結晶のポリタイプは、結晶成長に用いる {0001} 両種結晶の面極性によってほぼ決定される。{0001} 面には、極性の異なる (0001) Si 面及び (000-1) C 面の 2 種類があり、それぞれの面の最表面は Si 原子層、C 原子層で覆われている。{0001} はこれら 2 つの面の総称である。

6H型のSiC単結晶は、このどちらの極性面を成長面として用いた場合にも成長可能であるが、4H型のSiC単結晶は、(000-1)C面種結晶を用いた場合のみ成長可能である。従って、パワーデバイス用途に適した4H型のSiC単結晶を得るには、(000-1)C面種結晶上に結晶を成長させる必要がある。

現在、上記の改良レーリー法で作製したSiC単結晶から口径2インチ(50mm)から3インチ(75mm)の{0001}面SiC単結晶ウェハが切り出され、エピタキシャル薄膜成長やデバイス作製に供されている。

SiC単結晶ウェハを用いて電力デバイス、高周波デバイスなどを作製する場合には、通常、ウェハ上にSiC薄膜をエピタキシャル成長する必要がある。この方法としては、熱CVD法(熱化学蒸着法)と呼ばれる方法を用いてSiCウェハ上に堆積させる方法が一般的である。SiCウェハの面方位としては、通常(0001)Si面又は(000-1)C面が用いられる。

しかしながら、これらのSiC単結晶ウェハには、成長方向に貫通する直径数 μm のピンホール欠陥が50~200個/ cm^2 程度含まれている。ピンホール欠陥は、マイクロパイプとよばれる貫通転位であり、エピタキシャル成長においてもそのまま引き継がれる。

文献「P. G. Neudeck et al., IEEE Electron Device Letters, Vol. 15 (1994) pp. 63~65」に記載されているように、これらの欠陥により、漏れ電流等が引き起こされる。また、マイクロパイプの上に作製されたデバイスは特性が劣化することが知られている(T. Kimoto et al., IEEE Tran. Electron. Devices, vol. 46 (1999) PP, 471-477)。このため、マイクロパイプ欠陥の低減は、SiC単結晶のデバイス応用における最重要課題の一つとされている。

このような状況に対し、特開平5-262599号公報には、{0001}面に垂直な面を種結晶の成長面として、 $\langle 0001 \rangle$ 方向と垂直な方向にSiC単結晶を成長させることにより、マイクロパイプ欠陥の発生を完全に防止できることが開示されている。また、 $\langle 0001 \rangle$ 方向と垂直な方向にSiC単結晶を成長させた場合には、成長結晶が種結晶のポリタイプ構造を完全に引き継ぐことも報告されている。例えば、文献「J. Takahashi et al., J. Cryst. Growth, vol. 135 (1994) pp. 61-70」には、 $[1-100]$ 方向又は $[11-20]$ 方向に成長したSiC単結晶にはマイクロパイプが存在しな

いことが記載されている。更に、文献「H. Yano et al., Materials Science Forum, Vol. 338 ~342 (2000) pp. 1105~1108」には、例えば {0001} 面に垂直な面である (11-20) 面を用いたMOS (金属-酸化膜-半導体) 型電界効果トランジスタは、4H-SiCの場合、(0001) Si面上に作製したものと比べて、格段に高いチャネル移動度を示すこと、即ち電子移動度が約20倍になることが記載されている。

このように、{0001} 面に垂直な面に成長したSiC単結晶は、マイクロパイプ欠陥を含まず、{0001} 面に垂直な面は、デバイス製造にとっても有用な面であるといえる。特に、[11-20] 方向に成長したSiC単結晶インゴットを切断し、かつ研磨して得られる(11-20) ウェハは高性能のSiCデバイスを作製するのに適している。このため、(11-20) 面を有するウェハ上に成長したエピタキシャル薄膜に対する注目が高まっている。

しかしながら、この方向にSiC単結晶を成長した場合には、文献「J. Takahashi et al., Journal of Crystal Growth, Vol. 181 (1997) pp. 229~240」に記載されているように、結晶中に多量の(0001)面の積層欠陥が導入されることが知られている。この結果、特開平5-262599号公報に開示されている方法を用いても、マイクロパイプ欠陥の発生は抑制できるものの、デバイスに悪影響を与える積層欠陥が多量に発生してしまう。

発明の開示

本発明の目的は、欠陥が少なく、かつ口径が実用化に適したSiC単結晶からなる材料を製造することができる種結晶、炭化珪素単結晶インゴットの製造方法、炭化珪素単結晶インゴット、炭化珪素単結晶ウェハ、炭化珪素単結晶エピタキシャル基板、炭化珪素単結晶エピタキシャル薄膜成長用基板(単結晶基板)、炭化珪素単結晶エピタキシャル基板の製造方法を提供することにある。

本願の第1の発明に係る炭化珪素単結晶からなる種結晶は、<0001>方向から[1-100]方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、(11-20)面から3度以上60度以下傾斜した単結晶成長面を有する。

本願の第2の発明に係る炭化珪素単結晶からなる単結晶基板は、<0001>方向から[1-100]方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、(11-20)

面から3度以上60度以下傾斜したエピタキシャル成長面を有する。

本願の第3の発明に係る炭化珪素単結晶インゴットの製造方法は、炭化珪素単結晶からなり、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から3度以上60度以下傾斜した単結晶成長面を有する種結晶を得る工程と、前記種結晶の前記単結晶成長面上に、昇華再結晶法により炭化珪素単結晶を成長させる工程と、を有する。

本願の第4の発明に係る炭化珪素単結晶インゴットは、上記の方法により製造されたものであり、その口径が20mm以上である。

本願の第5の発明に係る炭化珪素単結晶ウェハは、上記の炭化珪素単結晶インゴットに加工及び研磨を施すことにより製造されたものであり、その口径が20mm以上である。

本願の第6の発明に係る炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、上記の炭化珪素単結晶ウェハと、前記炭化珪素単結晶ウェハ上に成長した炭化珪素単結晶エピタキシャル膜と、を有する。

本願の第7の発明に係る炭化珪素単結晶エピタキシャル基板の製造方法は、炭化珪素単結晶からなり、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から3度以上60度以下傾斜した単結晶成長面を有する基板を得る工程と、前記基板の前記単結晶成長面上に、炭化珪素単結晶エピタキシャル膜を成長させる工程と、を有する。

本願の第8の発明に係る炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、上記の方法により製造されたものであり、その口径が20mm以上である。

図面の簡単な説明

図1は、六方晶SiC単結晶の面指数を示す図である。

図2は、改良リーレー法の原理を示す模式図である。

図3は、本発明におけるオフ方向及びオフ角度を示す図である。

図4A及び図4Bは、本発明の原理を示す図である。

図5A及び図5Bは、種結晶のオフ方向と成長結晶のポリタイプとの関係を示す模式図である。

図6は、SiC単結晶インゴットの製造装置の一例を示す模式図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、添付の図面を参照して、本発明の実施形態について説明する。

改良レーリー法によるSiC単結晶の成長は、原料から昇華したSiC分子が、種結晶又はその上に成長した結晶の表面に吸着し、この分子が結晶に規則正しく取り込まれていくことによって行われる。

そして、従来、問題視されている積層欠陥は、結晶に吸着したSiC分子が結晶に取り込まれる際に、正規の配位ではなく、誤った配位で取り込まれることによって誘起される。誤った配位で取り込まれたSiC分子は、結晶中に局所的な歪をもたらし、この歪が原因となって積層欠陥が発生するのである。このような $\{0001\}$ 面に垂直方向にSiC単結晶を成長した場合に積層欠陥が発生するメカニズムは、文献「J. Takahashi and N. Ohtani, Phys. Stat. Sol. (b), Vol.202 (1997) pp.163~175」に記載されている。

なお、本発明で問題としている積層欠陥は、結晶成長中にのみ発生する結晶成長誘起欠陥であり、結晶成長後に成長結晶に機械的応力又は電気的ストレス等が加えられることにより発生する結晶欠陥とは異なる。

本発明は、上記のメカニズムを解析した上でなされたものであり、炭化珪素単結晶のミラー指数に関し、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45° 以上 45° 以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3° 以上 60° 以下傾斜した面を単結晶成長面（単結晶育成面）としたものである。

なお、以下の説明において、単結晶成長面が $(11-20)$ 面から傾斜する角度を「オフ角度」と称し、該オフ角度が導入される方向を「オフ方向」と称する。図3に示すように、オフ方向は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向及び $[1-100]$ 方向を含む面内にあり、単結晶成長面の法線は、オフ方向及び $\langle 11-20 \rangle$ 方向を含む面内にある。

次に、図4A及び図4Bを用いて、本発明の原理について説明する。

一般に、複数の配位形態の内、結晶内部と全く同一の結合配位がエネルギー的には最も安定である。しかし、SiC単結晶の場合、配位形態間のエネルギー差が極めて小さいため、吸着されるSiC分子は正規の配位（最安定配位）とは異なった配位で結晶中に取

り込まれてしまうことがしばしば起こる。

例えば、(11-20)面そのものを結晶成長面とする種結晶、即ち(11-20)面に対してオフ角度が導入されていない種結晶上に結晶を成長させると、結晶成長面上でSiC分子は結合配位として複数の配位をとり得る。即ち、図4Aに示すように、SiC分子は、配位21(結晶内部と全く同一の結合配位でエネルギー的に最も安定)、又は配位21とは反対向きの配位22をとり得る。このように、SiC分子が誤った配位(配位22)で取り込まれると、この点を起点として積層欠陥がSiC単結晶中に発生する。

一方、(11-20)面に対してオフ角度が導入されると、図4Bに示すように、結晶成長面にはステップが存在する。このとき、ステップの間隔及び密度はオフ角度の大きさに依存し、オフ角度が小さくなるほど間隔は大きくなると共に、密度は低くなり、逆にオフ角度が大きくなるほど、間隔が小さくなると共に、密度が高くなる。

そして、結晶成長面のステップの間隔がある値以上小さい場合、原料から飛来するSiC分子は全てステップに拘束される。ステップにSiC分子が吸着し、取り込まれる場合には、その配位は一義的に決定され、誤った配位で結晶中に取り込まれることはない。この結果、積層欠陥の発生が抑制される。

従来、結晶成長面にオフ角度を設ける技術は、他の材料系でも採用されてきた。しかしながら、(11-20)面上へのSiC単結晶成長に関しては十分な研究がなされておらず、本発明者等は、数多くの実験及び考察の結果として、多数の条件の中から、本発明に係る条件に想到した。

次に、本発明における数値限定及び好ましい形態について説明する。

まず、オフ方向は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45° 以上 45° 以下傾斜した方向であること、即ち $\langle 0001 \rangle$ 方向及び $[1-100]$ 方向を含む面内において、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $\pm 45^\circ$ ずれた範囲内にあることが必要である。つまり、図3中の角度 β が -45° 以上 45° 以下であるか、又は 135° 以上 225° 以下であることが必要である。

角度 β が 45° より大きく 135° 未満の場合、又は -135° より大きく -45° 未満の場合には、オフ方向は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向よりも $\langle 1-100 \rangle$ 方向に近づくことになる。このような場合と、オフ方向が $\langle 0001 \rangle$ 方向に近づいている場合とでは

、ステップの構造等が相違する。そして、 $\langle 1-100 \rangle$ 方向に近づいている場合には、ステップでのSiC分子の吸着配位に任意性が残ってしまい、積層欠陥が生じ得る。このため、オフ方向は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45° 以上 45° 度以下傾斜した方向であることが必要である。

なお、 $\langle 0001 \rangle$ 方向には、前述のように、 $[0001]$ Si方向及び $[000-1]$ C方向の2方向がある。 $\langle 0001 \rangle$ 方向としては、どちらの方向を用いてもよい。これらのうち、6H型炭化珪素単結晶を成長させる場合には、 $[0001]$ Si方向を用いることが好ましい。一方、4H型炭化珪素単結晶を成長させる場合には、 $[000-1]$ C方向を用いることが必要である。

これは、 $[0001]$ Si方向にオフ角度が設けられた場合、積層欠陥の低減は達成されるが、大型の4H型SiC単結晶を得ることが困難になるからである。この原理について、図5A及び図5Bを用いて説明する。

図5Aに示すように、 $(11-20)$ 面から $[0001]$ Si方向にオフ角度が設けられた種結晶を用いた場合、成長結晶22のうち、種結晶21のポリタイプ(4H型)を引き継ぐ方向に成長した引継部23は、種結晶のポリタイプ(4H型)を完全に引き継ぎ、4H型のポリタイプを呈する。なお、引継部23の成長方向は、 $\langle 0001 \rangle$ 方向に対して垂直な方向であり、例えば $[11-20]$ 方向である。

一方、図5Aに示すように、引き継ぐべきポリタイプが存在せず、種結晶からの引き継ぎによってはポリタイプが決定されない非引継部24のポリタイプは、その成長方向に現れている $\{0001\}$ 面、この場合には (0001) Si面に基づいてポリタイプが決定される。前述のように、 (0001) Si面上には4H型のポリタイプの結晶は成長しない。このため、非引継部24のポリタイプは6H型、又は15R型ポリタイプが混在した6H型となる。よって $(11-20)$ 面からのオフ方向を $[0001]$ Si方向とした場合には、積層欠陥は低減されるものの、4H型単一ポリタイプの大型SiC単結晶を得ることはできない。

これに対し、 $(11-20)$ 面から $[000-1]$ C方向にオフ角度が設けられた種結晶を用いた場合(図5B)には、非引継部25は $(000-1)$ C面上に成長することとなる。このため、成長条件を適宜選択すれば、非引継部25においても4H型の結晶を得ることが可能である。従って、大型の4H型単一ポリタイプのSiC単結晶を得る

ことができる。

このように、本願発明者等は、多数の実験等の鋭意検討の結果、成長方向に対して $\{0001\}$ 面が傾いている場合にも、その面方位によって成長結晶の一部分のポリタイプが決定されることを見出した。

また、オフ角度は、 $[11-20]$ 方向を基準として3度以上60度以下であること、即ち図3中の角度 α が3度以上60度以下であることが必要である。オフ角度が3度未満の場合、種結晶の表面のステップ間隔が大きくなり過ぎると共に、ステップの密度が低下するため、SiC分子がステップとステップとの間に存在するテラス上でも結晶に取り込まれる。このとき、テラスは、図4Aに示す結晶成長面に相当するため、SiC分子は複数の配位をとり得る。このため、積層欠陥が生じ得る。一方、オフ角度が60度を超える場合、従来の $\langle 0001 \rangle$ 方向へのSiC単結晶成長と類似した成長が行われる。このため、マイクロパイプ欠陥が発生してしまい、好ましくない。このため、オフ角度は、 $[11-20]$ 方向を基準として3度以上60度以下であることが必要である。

なお、このオフ角度は、3度以上30度以下であることが好ましく、6度以上30度以下であることがより一層好ましい。

次に、本発明の実施形態に係るSiC単結晶からなる種結晶の製造方法について説明する。

ここでは、一例として、先ず、 $[000-1]$ C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出す。このとき、SiC結晶インゴットとしては、マイクロパイプ欠陥を含んでいてもよいが、積層欠陥が存在しないものを用いる。また、切り出し面については、SiC単結晶の $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45 度以上 45 度以下傾斜した任意の一方方向に向けて、 $(11-20)$ 面から3度以上60度以下傾斜した面を切り出し面とする。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、本発明の実施形態に係る種結晶を製造することができる。この種結晶は、SiC単結晶育成用として用いることができる。

なお、切り出しの際、オフ角度の前記任意の方向からのずれが ± 1 度以内であることが好ましい。

また、特に4H型の種結晶を製造する場合には、SiC単結晶の $[000-1]$ C方向から $[-1100]$ 方向に -45 度以上 45 度以下傾斜した任意の一方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3 度以上 60 度以下傾斜した面を切り出し面とすればよい。

そして、このようにして製造された4H型種結晶等のSiC単結晶からなる種結晶を用い、昇華再結晶法により、種結晶上に、SiC単結晶、例えば4H型SiC単結晶を成長させることができる。このような方法によれば、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥等の結晶欠陥が少なく良質な4H型SiC単結晶等のSiC単結晶を再現性良く得ることができる。

従って、当該製造方法によれば、 20 mm 以上の口径を有する4H型SiC単結晶インゴット等のSiC単結晶インゴットを製造することができる。このようなSiC単結晶インゴットは、例えば 20 mm 以上という大口径を有しながら、デバイスに悪影響を及ぼすマイクロパイプ欠陥が皆無で、且つ積層欠陥が極めて少ないという利点を有する。

。

ここで、本発明の実施形態に係る種結晶を用いたSiC単結晶インゴットの製造方法について具体的に説明する。

まず、この方法で用いられるSiC単結晶インゴットの製造装置について説明する。図6は、SiC単結晶インゴットの製造装置の一例を示す模式図である。図6には、種結晶を用いた改良型レーリー法によってSiC単結晶を成長させる装置の一例を示している。

結晶成長は、種結晶として用いたSiC単結晶1の上に原料であるSiC粉末2を昇華再結晶化させることにより行われる。種結晶のSiC単結晶1は、黒鉛製坩堝3の蓋4の内面に取り付けられる。原料のSiC粉末2は、黒鉛製坩堝3の内部に充填されている。

このような黒鉛製坩堝3は、二重石英管5の内部に、黒鉛の支持棒6により設置される。黒鉛製坩堝3の周囲には、熱シールドのための黒鉛製フェルト7が設置されている。二重石英管5は、真空排気装置11により 10^{-3} Pa 以下の低圧まで真空排気することができ、かつ内部雰囲気をArガスにより圧力制御することができる。

Arガスによる圧力制御は、Arガス配管9およびArガス用マスフローコントローラ10によりなされる。また、二重石英管5の外周には、ワークコイル8が設置されて

おり、高周波電流を流すことにより黒鉛製坩堝 3 を加熱し、原料及び種結晶を所望の温度に加熱することができる。坩堝温度の計測は、坩堝上部及び下部を覆うフェルトの中央部に直径 2 ～ 4 mm の光路を設け坩堝上部及び下部からの光を導出させ、二色温度計を用いて行う。坩堝 3 の下部の温度を原料温度とし、坩堝 3 の上部の温度を種温度とする。

このような結晶成長装置を用いて、SiC 単結晶、例えば 4H 型 SiC 単結晶を製造するに当たっては、先ず、本発明に係る 4H 型 SiC 種結晶 1 を黒鉛製坩堝 3 の蓋 4 の内面に取り付ける。黒鉛製坩堝 3 の内部には、原料 2 を充填する。次いで、原料を充填した黒鉛製坩堝 3 を、種結晶を取り付けた蓋 4 で閉じ、黒鉛製フェルト 7 で被覆した後、黒鉛製支持棒 6 の上に乗せ、二重石英管 5 の内部に設置する。

そして、石英管の内部を真空排気した後、ワークコイル 8 に電流を流し、原料温度を所定温度、例えば 1600℃程度に上げる。その後、雰囲気ガスとして Ar ガスを流入させ、石英管内圧力を所定圧力、例えば約 80 kPa に保ちながら、原料温度を目標温度、例えば 2400℃程度まで上昇させる。所定の成長圧力、例えば 1.3 kPa 程度まで時間をかけて減圧し、その後、口径が 20 mm 以上になるように所定時間単結晶成長を続けることにより、4H 型 SiC 単結晶インゴットを得ることができる。

このような 4H 型 SiC 単結晶インゴット等の SiC 単結晶インゴットを得た後、これに、切り出し加工及び従来の汎用の手段による研磨等を施すことにより、例えば口径が 20 mm 以上の炭化珪素単結晶基板（ウェハ）を得ることができる。

このようにして製造されるウェハを用いることによって、光学的特性の優れた青色発光素子、電気的特性の優れた電子デバイスを製作することができる。

このようにして得られた SiC 単結晶基板（ウェハ）には、切り出し面が成長方向に対して垂直な面である場合には、例えば、 $\langle 0001 \rangle$ 方向（ $[0001]$ Si 方向又は $[000-1]$ C 方向）から $[1-100]$ 方向に -45 度以上 45 度以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3 度以上 60 度以下傾斜したエピタキシャル成長面を有するという特徴がある。

また、必然的に、使用した単結晶のオフ角度が 3 度以上 30 度以下であれば、エピタキシャル成長面の $(11-20)$ 面からの傾斜角度も 3 度以上 30 度以下となり、使用した単結晶のオフ角度が 6 度以上 30 度以下であれば、エピタキシャル成長面の $(11$

— 20) 面からの傾斜角度も 6 度以上 30 度以下となる。

但し、このような SiC 単結晶基板を得る方法は、上述のものに限定されず、次のような方法を採用してもよい。即ち、先ず、 $[000-1]$ C 方向に成長した 4H 型の SiC 単結晶インゴットから基板を切り出す。このとき、SiC 単結晶インゴットとしては、マイクロパイプ欠陥を含んでいてもよいが、積層欠陥が存在しない物を用いる。また、切り出し面については、SiC 単結晶の $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45 度以上 45 度以下傾斜した任意の一方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3 度以上 60 度以下傾斜した面を切り出し面とする。

そして、切り出した基板に鏡面研磨を施すことにより、SiC 単結晶基板（ウェハ）を製造することができる。

なお、切り出しの際、オフ角度の前記任意の方向からのずれが ± 1 度以内であることが好ましい。

そして、このようにして製造された SiC 単結晶基板（ウェハ）を用い、熱 CVD 法により、SiC 結晶基板上に、SiC 単結晶エピタキシャル膜を成長させることができる。このような方法によれば、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥等の結晶欠陥が少なく良質な SiC 単結晶エピタキシャル膜を再現性良く得ることができる。

従って、当該製造方法によれば、20 mm 以上の口径を有する SiC 単結晶エピタキシャル基板を製造することができる。このような SiC 単結晶エピタキシャル基板は、例えば 20 mm 以上という大口径を有しながら、デバイスに悪影響を及ぼすマイクロパイプ欠陥が皆無で、且つ積層欠陥が極めて少ないという利点を有する。

ここで、本発明の実施形態に係る SiC 単結晶基板（ウェハ）を用いた SiC 単結晶エピタキシャル基板の製造方法の一例について具体的に説明する。

先ず、本発明の実施形態に係る SiC 単結晶基板（ウェハ）をグラファイト製のサセプタに乗せ、これらを熱 CVD 装置の成長炉内に入れた後、成長炉内を真空排気する。その後、排気を止めて、水素ガスを導入して大気圧にした後、水素ガスを流したまま、誘導加熱によりサセプタを加熱する。サセプタ温度が所定温度、例えば 1580°C 程度に達したところで、水素ガスに加えて塩化水素ガスを流す。水素ガス及び塩化水素ガスの流量は、例えば夫々 $1.0 \sim 10.0 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{秒}$ 、 $0.3 \sim 3.0 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{秒}$ であることが好ましい。

その後、塩化水素ガスを止め、水素ガスは流したままで、所定温度、例えば800℃程度まで降温し、成長炉内の塩化水素ガスをパージする。次いで、所定温度、例えば1500℃程度まで昇温して、エピタキシャル成長を開始する。

SiCエピタキシャル薄膜の成長条件は、特には限定されず適宜好ましい条件を選択することが好ましい。例えば、成長温度を1500℃とし、シラン(SiH₄)、プロパン(C₃H₈)及び水素(H₂)の流量を、夫々0.1~10.0×10⁻⁹m³/秒、0.6~6.0×10⁻⁹m³/秒、1.0~10.0×10⁻⁵m³/秒とする。この条件は、本発明において好ましく用いることができる。成長圧力は、他の成長条件に応じて適宜選択されることが好ましく、一般的には大気圧である。成長時間は所望の成長膜厚が得られる程度であればよく、特には限定されないが、例えば1~20時間で、1~20μmの膜厚が得られる。このようにして製造されるSiC単結晶エピタキシャル基板は、ウェハ全面にわたって非常に平坦で、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥に起因する表面欠陥の非常に少ない良好な表面モフォロジーを有する。

次に、実際に、本願発明者が製造したSiC種結晶、SiC単結晶基板等の実施例及び比較例について説明する。

(実施例1)

図6に示す結晶成長装置を用いて、SiC単結晶を製造した。具体的には、先ず、[000-1]C方向に成長した6H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の(11-20)面から[0001]Si方向に10度傾斜した面を切り出し面とした(α=10°、β=0°)。なお、オフ方向の[0001]Si方向からのずれは±1度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、SiC種結晶1を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで20mmであった。

その後、種結晶1を黒鉛製坩堝3の蓋4の内面に取り付けた。黒鉛製坩堝3の内部には、原料2を充填した。次いで、原料を充填した黒鉛製坩堝3を、種結晶を取り付けた蓋4で閉じ、黒鉛製フェルト7で被覆した後、黒鉛製支持棒6の上に乗せ、二重石英管5の内部に設置した。

そして、石英管の内部を真空排気した後、ワークコイル8に電流を流し、原料温度を

1600℃まで上げた。その後、雰囲気ガスとしてArガスを流入させ、石英管内圧力を約80kPaに保ちながら、原料温度を目標温度である2400℃まで上昇させた。続いて、成長圧力である1.3kPaまで約30分間かけて減圧し、その後、約20時間成長を続けた。この際の坩堝内の温度勾配は15℃/cmとし、成長速度は約0.8mm/時とした。得られた結晶の口径は22mmであり、高さは16mm程度であった。

こうして得られたSiC単結晶をX線回折及びラマン散乱により分析したところ、6H型のSiC単結晶が成長したことが確認された。

また、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥の評価を行う目的で、成長した単結晶インゴットから(0001)面ウェハと(1-100)面ウェハを切り出し、研磨した。これらの切り出しでは、単結晶インゴットを成長方向に対して平行又はほぼ平行に切断した。その後、約530℃の熔融KOHでウェハ表面をエッチングした。続いて、顕微鏡観察により、(0001)面ウェハにおいてはマイクロパイプ欠陥に対応する大型の六角形エッチピットの数、(1-100)面ウェハにおいては積層欠陥に対応する線状のエッチピット数を調べた。この結果、マイクロパイプ欠陥は全く存在せず、積層欠陥密度は平均で4個/cmであった。

次に、同様にして製造した6H型のSiC単結晶インゴットから、(11-20)面ウェハを切り出した。この切り出しでは、単結晶インゴットを成長方向に対してほぼ垂直に切断した。また、口径は22mmとした。次いで、厚さ300μmまで研磨し、表面が(11-20)面のSiC単結晶鏡面ウェハを作製した。

更に、このSiC単結晶鏡面ウェハを基板として、その上にSiCのエピタキシャル成長を行った。SiCエピタキシャル薄膜の成長条件については、成長温度を1500℃とし、シラン(SiH₄)、プロパン(C₃H₈)及び水素(H₂)の流量を、夫々5.0×10⁻⁹m³/秒、3.3×10⁻⁹m³/秒、5.0×10⁻⁵m³/秒とした。成長圧力は大気圧とした。そして、成長時間を4時間としたところ、成長したエピタキシャル薄膜の膜厚は約5μmであった。

エピタキシャル薄膜を成長させた後、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSiCエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、ウェハ全面にわたって非常に平坦で、マイクロパイプ欠陥、積層欠陥に起因する表面欠陥が非常に少なく、

良好であった。

また、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を（1-100）面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、積層欠陥密度は、エピタキシャル薄膜を形成する際の基板と同様に平均で4個/cmであった。

（実施例2）

図6に示す結晶成長装置を用いて、SiC単結晶を製造した。具体的には、まず、[000-1]C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の（11-20）面から[000-1]C方向に10度傾斜した面を切り出し面とした（ $\alpha=10^\circ$ 、 $\beta=180^\circ$ ）。なお、オフ方向の[000-1]C方向からのずれは±1度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、SiC種結晶を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで20mmであった。

その後、実施例1と同様にして、結晶を成長させた。この結果、得られた結晶の口径は22mmであり、高さは16mm程度であった。

こうして得られたSiC単結晶をX線回折及びラマン散乱により分析したところ、4H型の単一ポリタイプのSiC単結晶が成長したことが確認された。

また、実施例1と同様に、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥の評価を行った。この結果、マイクロパイプ欠陥は全く存在せず、積層欠陥密度は平均で4個/cmであった。

次に、同様にして製造した4H型の単一ポリタイプのSiC単結晶インゴットから、（11-20）面ウェハを切り出した。この切り出しでは、単結晶インゴットを成長方向に対してほぼ垂直に切断した。また、口径は22mmとした。次いで、厚さ300μmまで研磨し、表面が（11-20）面のSiC単結晶鏡面ウェハを作製した。

更に、このSiC単結晶鏡面ウェハを基板として、実施例1と同様の条件下で、その上にSiCのエピタキシャル成長を行った。実施例1と同様に、成長したエピタキシャル薄膜の膜厚は約5μmであった。そして、エピタキシャル薄膜を成長させた後、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSiCエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、ウェハ全面にわたって非常に平坦で、マイクロパイプ欠陥、積層

欠陥に起因する表面欠陥が非常に少なく、良好であった。

また、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を（ -1100 ）面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、積層欠陥密度は、エピタキシャル薄膜を形成する際の基板と同様に平均で4個/cmであった。

（実施例3）

図6に示す結晶成長装置を用いて、SiC単結晶を製造した。具体的には、先ず、 $[000-1]$ C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の $(11-20)$ 面から $[0001]$ Si方向に10度傾斜した面を切り出し面とした（ $\alpha=10^\circ$ 、 $\beta=0^\circ$ ）。なお、オフ方向の $[000-1]$ Si方向からのずれは ± 1 度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、SiC種結晶を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで20mmであった。

その後、実施例1と同様にして、結晶を成長させた。但し、成長速度は0.75mm/秒とした。この結果、得られた結晶の口径は22mmであり、高さは15mm程度であった。

こうして得られたSiC単結晶をX線回折及びラマン散乱により分析したところ、種結晶のポリタイプを引き継いで成長した部分では4H型のSiC単結晶が成長し、種結晶のポリタイプを引き継がずに成長した部分では6H型のSiC単結晶が成長したことが確認された。つまり、ポリタイプが混在していた。

また、実施例1と同様に、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥の評価を行った。この結果、マイクロパイプ欠陥は全く存在せず、また、4H型ポリタイプと6H型ポリタイプとの境界近傍以外には、積層欠陥もほとんど存在しなかった（積層欠陥密度：10個/cm）。但し、4H型の部分と6H型の部分との境界近傍には、200個/cmと多数の積層欠陥が存在していた。

次に、同様にして製造した4H型のSiC単結晶インゴットから、 $(11-20)$ 面ウェハを切り出した。口径は22mmとした。次いで、厚さ300 μ mまで研磨し、表面が $(11-20)$ 面のSiC単結晶鏡面ウェハを作製した。

更に、このSiC単結晶鏡面ウェハを基板として、実施例1と同様の条件下で、その上にSiCのエピタキシャル成長を行った。実施例1と同様に、成長したエピタキシャル薄膜の膜厚は約5 μm であった。

そして、エピタキシャル薄膜を成長させた後、ラマン散乱によりポリタイプを分析した。この結果、SiC単結晶鏡面ウェハのうち、4H型の部分上には4H型エピタキシャル薄膜が形成され、6H型の部分上には6H型のエピタキシャル薄膜が形成されていた。

また、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSiCエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、マイクロパイプ欠陥に起因する表面欠陥は全く観察されず、また、4H型ポリタイプと6H型ポリタイプとの境界近傍以外では、積層欠陥に起因する表面欠陥も非常に少なかった。但し、4H型ポリタイプと6H型ポリタイプとの境界近傍では、積層欠陥に起因する多数の表面欠陥がウェハ表面に存在した。

更に、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を（1-100）面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、4H型ポリタイプと6H型ポリタイプとの境界近傍以外では、積層欠陥密度が平均で10個/cm以下と極めて低かった。但し、4H型の部分と6H型の部分との境界近傍では、積層欠陥密度が200個/cmと極めて高かった。

このように、実施例3では、ポリタイプ間の境界近傍に積層欠陥が存在するものの、全体的な欠陥の量は低減することができた。

（比較例1）

図6に示す結晶成長装置を用いて、オフ角度が0度のSiC単結晶を製造した。具体的には、先ず、[000-1]C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の（11-20）面を切り出し面とした（ $\alpha = 0^\circ$ 、 $\beta = 0^\circ$ ）。なお、この表面の（11-20）面からのずれは ± 0.5 度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、SiC種結晶を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで20mmであった。

その後、実施例1と同様にして、結晶を成長させた。この結果、得られた結晶の口径

は22mmであり、高さは16mm程度であった。

こうして得られたSiC単結晶をX線回折及びラマン散乱により分析したところ、4H型のSiC単結晶が成長したことが確認された。

また、実施例1と同様に、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥の評価を行った。この結果、マイクロパイプ欠陥は全く存在しなかったものの、従来のものと同様に、積層欠陥密度が平均で170個/cmと極めて多かった。

次に、同様にして製造した4H型のSiC単結晶インゴットから、(11-20)面ウェハを切り出した。口径は22mmとした。次いで、厚さ300μmまで研磨し、表面が(11-20)面のSiC単結晶鏡面ウェハを作製した。

更に、このSiC単結晶鏡面ウェハを基板として、実施例1と同様の条件下で、その上にSiCのエピタキシャル成長を行った。実施例1と同様に、成長したエピタキシャル薄膜の膜厚は約5μmであった。そして、エピタキシャル薄膜を成長させた後、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSiCエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、積層欠陥に起因すると思われる表面欠陥がウェハ表面に存在した。

また、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を(1-100)面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、積層欠陥密度は、エピタキシャル薄膜を形成する際の基板と同様に平均で170個/cmと極めて高かった。

（実施例4）

まず、[000-1]C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の(11-20)面から[0001]Si方向に10度傾斜した面を切り出し面とした($\alpha=10^\circ$ 、 $\beta=0^\circ$)。なお、オフ方向の[0001]Si方向からのずれは±1度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、エピタキシャル成長用基板を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで20mmであった。

次に、エピタキシャル成長用基板をグラファイトサセプタに乗せ、これらを熱CVD装置の成長炉内に入れた後、真空排気した。その後、排気を止めて、水素ガスを導入し

て大気圧にした後、水素ガスを流したまま、誘導加熱によりサセプタを加熱した。サセプタ温度が 1580°C に達したところで、水素ガスに加えて塩化水素ガスを流した。水素ガスおよび塩化水素ガスの流量は、夫々 $5.0 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{秒}$ 、 $1.7 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{秒}$ とした。

その後、塩化水素ガスを止め、水素ガスは流したままで、 800°C まで降温し、成長炉内の塩化水素ガスをパージした。次いで、 1500°C まで昇温して、エピタキシャル成長を開始した。

SiCエピタキシャル薄膜の成長条件については、成長温度を 1500°C とし、シラン(SiH_4)、プロパン(C_3H_8)及び水素(H_2)の流量を、夫々 $5.0 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{秒}$ 、 $3.3 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{秒}$ 、 $5.0 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{秒}$ とした。成長圧力は大気圧とした。そして、成長時間を4時間としたところ、成長したエピタキシャル薄膜の膜厚は約 $5 \mu\text{m}$ であった。

エピタキシャル薄膜を成長させた後、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSiCエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、ウェハ全面にわたって非常に平坦で、積層欠陥に起因する表面欠陥の非常に少なく、良好であった。

また、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を（1-100）面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、積層欠陥に対応するエッチピットは全く観察されなかった。

（比較例2）

先ず、 $[000-1]$ C方向に成長した4H型のSiC単結晶からウェハを切り出した。このとき、SiC単結晶としては、マイクロパイプ欠陥を含むが、積層欠陥が存在しないものを用いた。また、切り出し面については、SiC単結晶の（11-20）面を切り出し面とした（ $\alpha=0^{\circ}$ 、 $\beta=0^{\circ}$ ）。なお、この表面の（11-20）面からのずれは ± 0.5 度以内とした。

そして、切り出したウェハに鏡面研磨を施すことにより、エピタキシャル成長用基板を得た。この時点で口径を測定したところ、一番小さいところで 20 mm であった。

次に、実施例3と同様にして、エピタキシャル成長を行った。この結果、得られたエピタキシャル薄膜の厚さは約 $5 \mu\text{m}$ であった。

エピタキシャル薄膜を成長させた後、ノマルスキー光学顕微鏡により、得られたSi

Cエピタキシャル薄膜の表面モフォロジーを観察した。この結果、積層欠陥に起因すると思われる表面欠陥がウェハ表面に存在した。

また、このエピタキシャルウェハ（エピタキシャル基板）を（1-100）面でへき開し、へき開面を熔融KOHでエッチングしてエピタキシャル薄膜中の積層欠陥密度を調べた。この結果、積層欠陥密度は、エピタキシャル薄膜中に10個/cmであった。

産業上の利用可能性

以上詳述したように、本発明によれば、マイクロパイプ欠陥及び積層欠陥等の結晶欠陥が少なく、かつ口径が実用化に適した良質のSiC単結晶からなる材料を再現性良く得ることができる。そして、このようなSiC単結晶からなるウェハを用いることにより、光学的特性の優れた青色発光素子及び電気的特性の優れた電子デバイス等を製造することができる。また、特に4H型のSiC単結晶ウェハを用いることにより、従来に比べ格段に低損失な電力デバイスを製造することができる。

請 求 の 範 囲

1. 炭化珪素単結晶からなる種結晶は、
＜0001＞方向から〔1-100〕方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、（11-20）面から3度以上60度以下傾斜した単結晶成長面を有する。
2. 請求項1に記載の種結晶において、
前記＜0001＞方向は、〔0001〕Si方向である。
3. 請求項1に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から3度以上30度以下傾斜している。
4. 請求項2に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から3度以上30度以下傾斜している。
5. 請求項1に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から6度以上30度以下傾斜している。
6. 請求項2に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から6度以上30度以下傾斜している。
7. 請求項1に記載の種結晶において、
前記＜0001＞方向は、〔000-1〕C方向である。
8. 請求項7に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から3度以上30度以下傾斜している。
9. 請求項7に記載の種結晶において、
前記単結晶成長面は、前記（11-20）面から6度以上30度以下傾斜している。

10. 炭化珪素単結晶からなる単結晶基板は、

<0001>方向から[1-100]方向に-45度以上45度以下傾斜した方向に向けて、(11-20)面から3度以上60度以下傾斜したエピタキシャル成長面を有する。

11. 請求項10に記載の単結晶基板において、

前記<0001>方向は、[0001] Si方向である。

12. 請求項10に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記(11-20)面から3度以上30度以下傾斜している。

13. 請求項11に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記(11-20)面から3度以上30度以下傾斜している。

14. 請求項10に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記(11-20)面から6度以上30度以下傾斜している。

15. 請求項11に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記(11-20)面から6度以上30度以下傾斜している。

16. 請求項10に記載の単結晶基板において、

前記<0001>方向は、[000-1] C方向である。

17. 請求項16に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記（１１－２０）面から３度以上３０度以下傾斜している。

１８． 請求項１６に記載の単結晶基板において、

前記エピタキシャル成長面は、前記（１１－２０）面から６度以上３０度以下傾斜している。

１９． 炭化珪素単結晶インゴットの製造方法は、

炭化珪素単結晶からなり、＜０００１＞方向から〔１－１００〕方向に－４５度以上４５度以下傾斜した方向に向けて、（１１－２０）面から３度以上６０度以下傾斜した単結晶成長面を有する種結晶を得る工程と、

前記種結晶の前記単結晶成長面上に、昇華再結晶法により炭化珪素単結晶を成長させる工程と、

を有する。

２０． 請求項１９に記載の炭化珪素単結晶インゴットの製造方法において、

前記種結晶を得る工程において、前記＜０００１＞方向として、〔０００１〕Ｓｉ方向を選択する。

２１． 請求項１９に記載の炭化珪素単結晶インゴットの製造方法において、

前記種結晶を得る工程において、前記＜０００１＞方向として、〔０００－１〕Ｃ方向を選択する。

２２． 炭化珪素単結晶インゴットは、

請求項１９に記載の方法により製造されたものであり、

その口径が２０mm以上である。

２３． 炭化珪素単結晶インゴットは、

請求項２０に記載の方法により製造されたものであり、

その口径が20 mm以上である。

24. 炭化珪素単結晶インゴットは、

請求項21に記載の方法により製造されたものであり、

その口径が20 mm以上である。

25. 炭化珪素単結晶ウェハは、

請求項22に記載の炭化珪素単結晶インゴットに加工及び研磨を施すことにより製造されたものであり、

その口径が20 mm以上である。

26. 炭化珪素単結晶ウェハは、

請求項23に記載の炭化珪素単結晶インゴットに加工及び研磨を施すことにより製造されたものであり、

その口径が20 mm以上である。

27. 炭化珪素単結晶ウェハは、

請求項24に記載の炭化珪素単結晶インゴットに加工及び研磨を施すことにより製造されたものであり、

その口径が20 mm以上である。

28. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、

請求項25に記載の炭化珪素単結晶ウェハと、

前記炭化珪素単結晶ウェハ上に成長した炭化珪素単結晶エピタキシャル膜と、
を有する。

29. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、

請求項26に記載の炭化珪素単結晶ウェハと、

前記炭化珪素単結晶ウェハ上に成長した炭化珪素単結晶エピタキシャル膜と、

を有する。

30. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、
請求項27に記載の炭化珪素単結晶ウェハと、
前記炭化珪素単結晶ウェハ上に成長した炭化珪素単結晶エピタキシャル膜と、
を有する。

31. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板の製造方法は、
炭化珪素単結晶からなり、 $\langle 0001 \rangle$ 方向から $[1-100]$ 方向に -45 度以上
 45 度以下傾斜した方向に向けて、 $(11-20)$ 面から 3 度以上 60 度以下傾斜した単
結晶成長面を有する基板を得る工程と、
前記基板の前記単結晶成長面上に、炭化珪素単結晶エピタキシャル膜を成長させる工
程と、
を有する。

32. 請求項31に記載の炭化珪素単結晶エピタキシャル基板の製造方法において、
前記基板を得る工程において、前記 $\langle 0001 \rangle$ 方向として、 $[0001]$ Si方向を
選択する。

33. 請求項31に記載の炭化珪素単結晶エピタキシャル基板の製造方法において、
前記基板を得る工程において、前記 $\langle 0001 \rangle$ 方向として、 $[000-1]$ C方向を
選択する。

34. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、
請求項31に記載の方法により製造されたものであり、
その口径が 20 mm 以上である。

35. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、
請求項32に記載の方法により製造されたものであり、

その口径が 20 mm 以上である。

36. 炭化珪素単結晶エピタキシャル基板は、
請求項 33 に記載の方法により製造されたものであり、
その口径が 20 mm 以上である。

図 10

図1

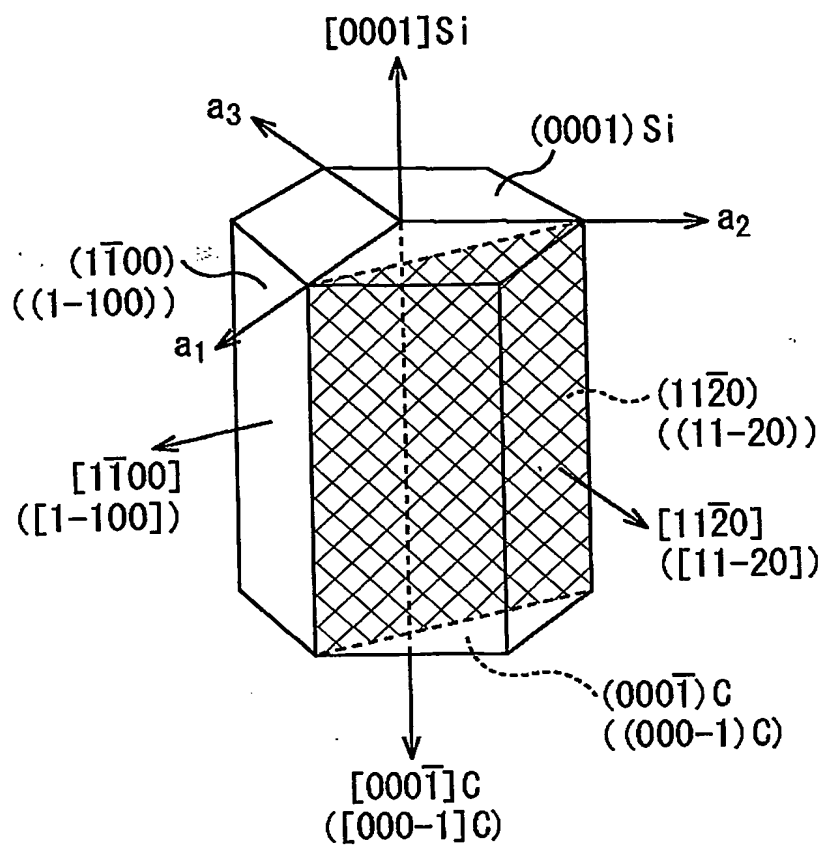


図2

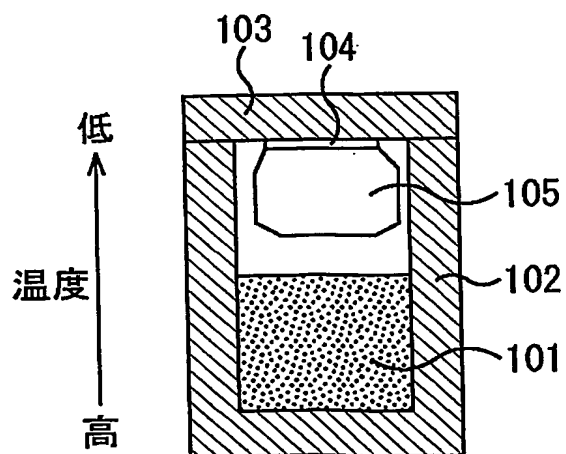


図3

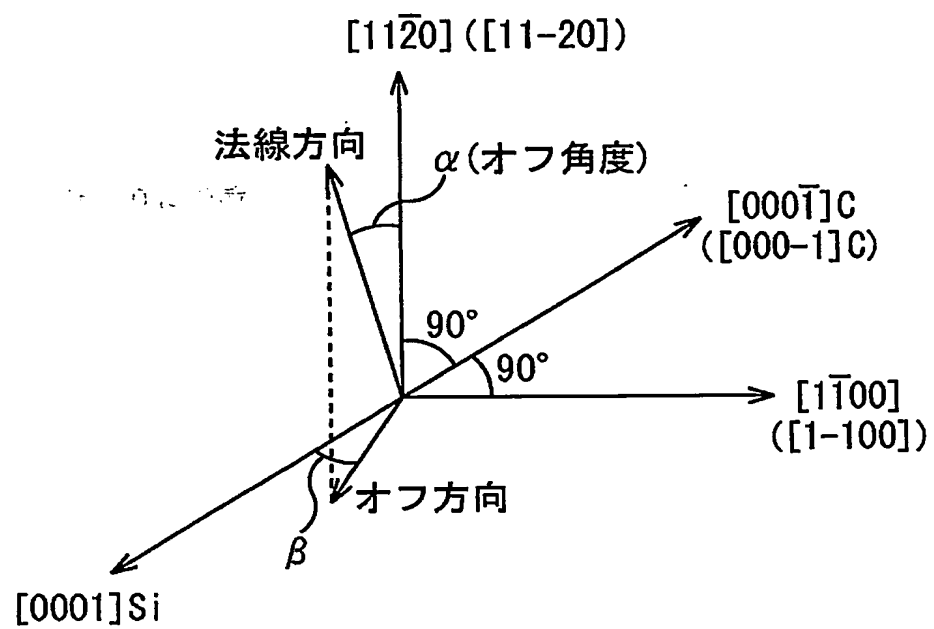


図4A

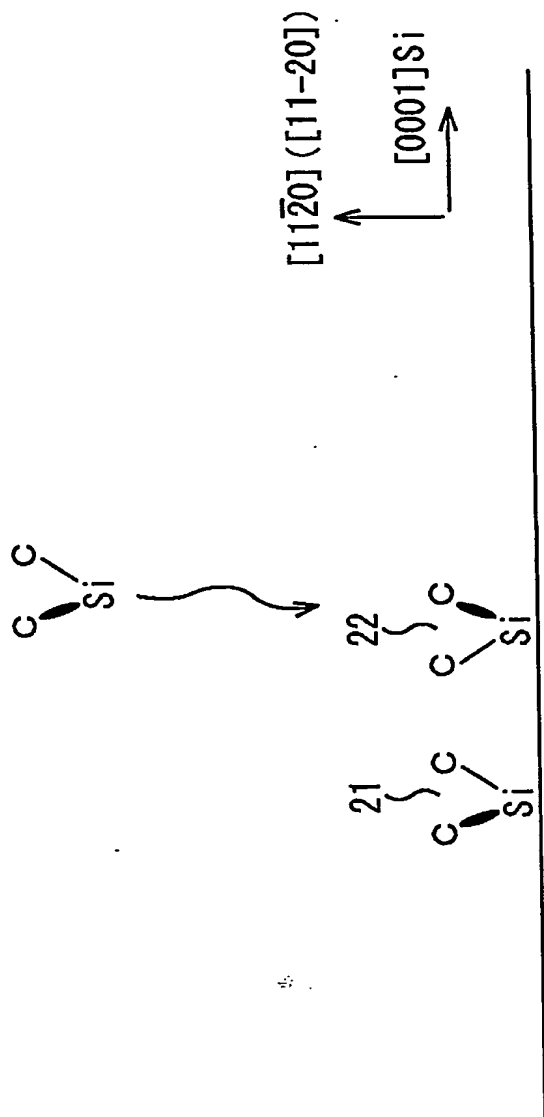


図4B

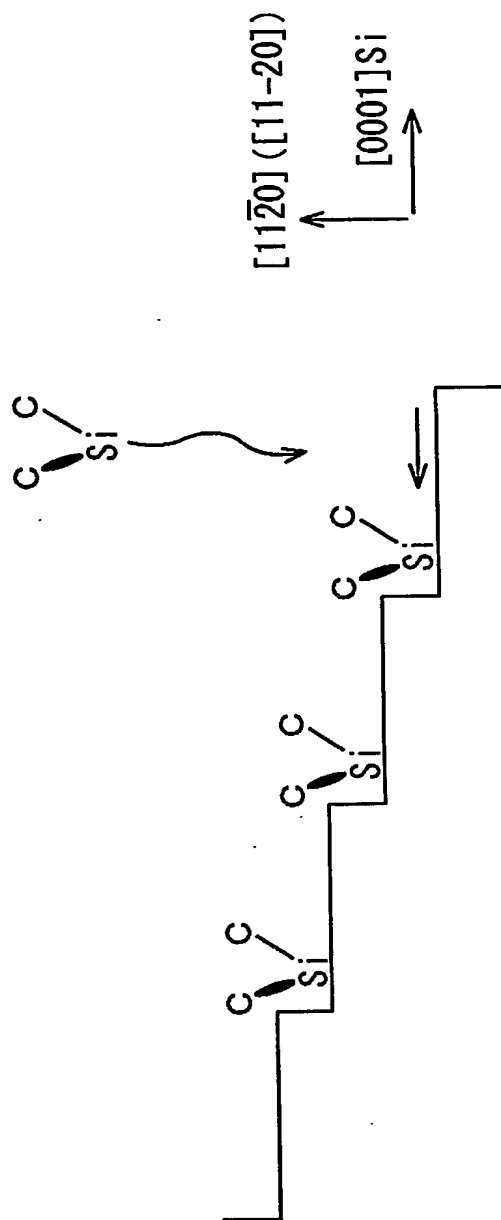


図5A

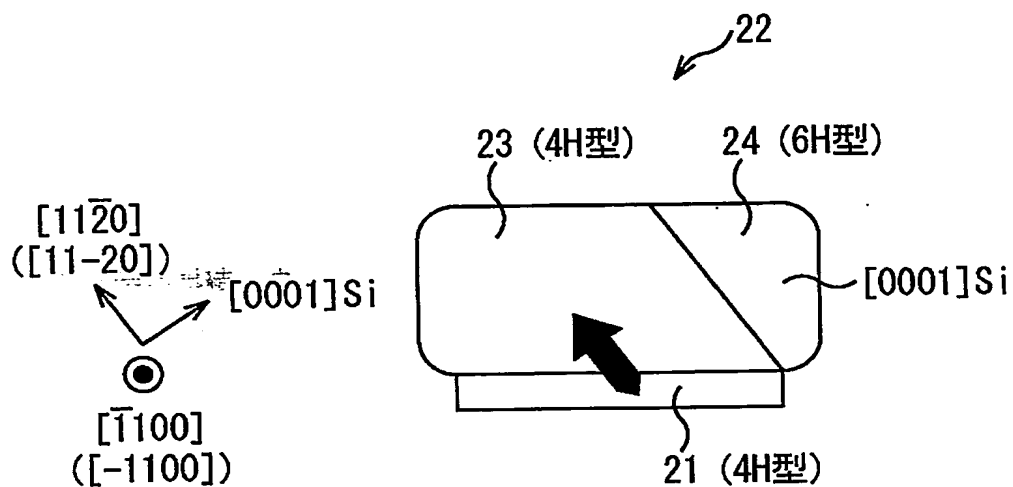


図5B

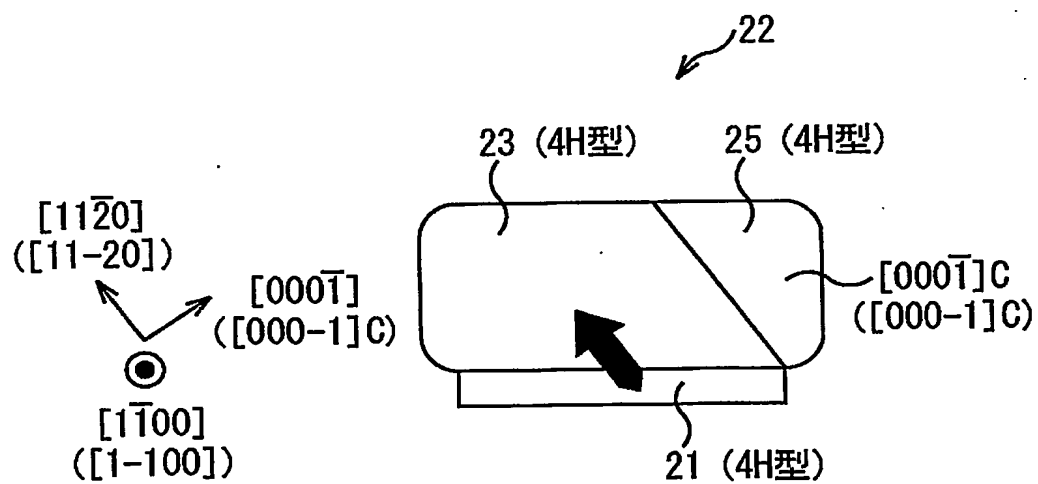
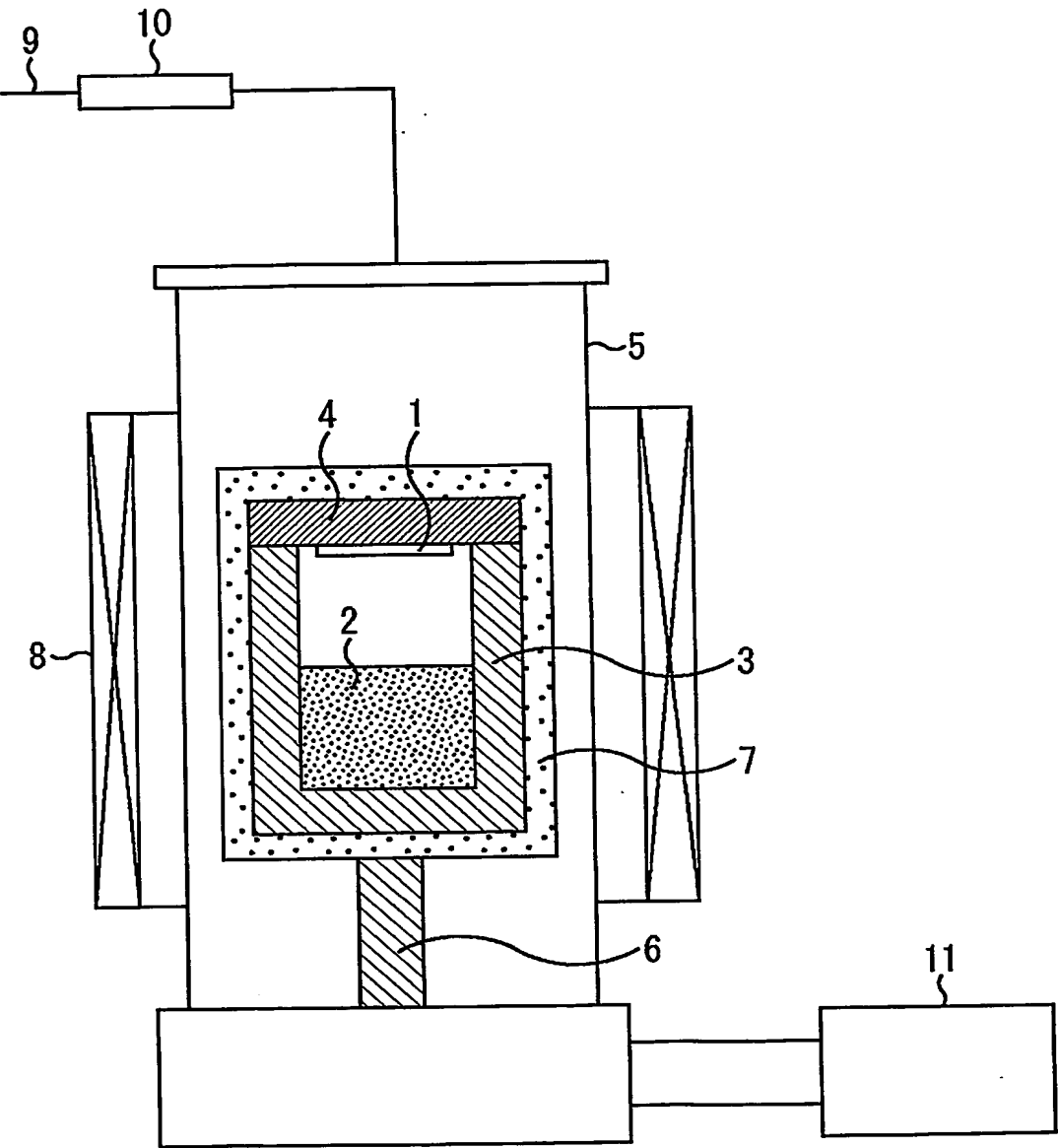


図6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/JP03/04058

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C30B29/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5958132 A (Nippon Steel Corp.), 28 September, 1999 (28.09.99), Claims 1 to 15; column 12, line 45 to column 13, line 14 & JP 7-267795 A	1-36
X	JP 10-17399 A (Nippon Steel Corp.), 20 January, 1998 (20.01.98), Claims 1 to 2; Par. Nos. [0022] to [0027] (Family: none)	1-36
X	JP 11-106297 A (Nippon Steel Corp.), 20 April, 1999 (20.04.99), Claims 1 to 4; Par. Nos. [0021] to [0023] (Family: none)	1-36

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 May, 2003 (02.05.03)

Date of mailing of the international search report
20 May, 2003 (20.05.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C 3 0 B 2 9 / 3 6

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C 3 0 B 1 / 0 0 - 3 5 / 0 0

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	US 5958132 A (NIPPON STEEL CORPORATION) 1999.09.28 請求項1-15, 第12欄第45行-第13欄第14行 & JP 7-267795 A	1-36
X	JP 10-17399 A (新日本製鐵株式会社) 1998.01.20 請求項1-2, 【0022】 - 【0027】 (ファミリーなし)	1-36
X	JP 11-106297 A (新日本製鐵株式会社) 1999.04.20 請求項1-4, 【0021】 - 【0023】 (ファミリーなし)	1-36

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 2 . 0 5 . 0 3

国際調査報告の発送日

20.05.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

横山 敏志



4 G

2 9 2 7

電話番号 03-3581-1101 内線 3416